This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

Document Number 63

Entry 63 of 68 File: DWPI Apr 7, 1973

DERWENT-ACC-NO: 1974-23575V
DERWENT-WEEK: 198314
COPYRIGHT 2000 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Solidification/fixation of toxic metal (cpds) - in ind waste sludge by mixing with a sulphide and cement or resin

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON SODA CO[NIPS]

PRIORITY-DATA:

APPL-NO	APPL-DATE
1971JP-0059944	August 10, 1971
1971JP-0059944	August 10, 1971

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 48026672 A	April 7, 1973	N/A	000	N/A
JP 78015026 B	May 22, 1978	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): A62D 3/00; B01J 1/00

RELATED-ACC-NO: 1983-33785K

ABSTRACTED-PUB-NO: JP48026672A
BASIC-ABSTRACT:

Toxic metals and metal compds. in industrial waste residual sludge are fixed in an insol. solid by mixing with (1) >=1 sulphide, +polysulphid e, or HS-salts of Group Ia or IIa metals or NH4 or H2S and (2) >=1 of cement, epoxy resin (before solidification) phenolic resin, glue, and/or asphalt. In an example the sludge from a Hg cell for electrolysis of NaCl 100 pts. was mixed with Portland cement 100 and Na2S 0.3 or NH4+ polysulphide 0.05 pts. (as S). The compressive and bending strengths of the solids obtained suggested that they can be used in mortar or concrete.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP48026672A
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

DERWENT-CLASS: A93 D15 E36 P35
CPI-CODES: A12-W11; D04-B02; E31-F; E32-A;

⑲ 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 48-26672

㊸公開日 昭48.(1973) 4.7

㉑特願昭 46-59944

㉒出願日 昭46.(1971) 8.10

審査請求 未請求 (全8頁)

庁内整理番号	㊷日本分類
6131 41	13(7)A21
6439 41	15 A9

(2,900円)

特 許 願 (特許法第38条ただし書の規定による特許出願)

昭和46年 8月10日

特許庁長官 井土武久 殿

1. 発明の名称
溶出防止方法および溶出防止組成物

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 2

3. 発明者
住所 富山県高岡市野村777-2
氏名 小池神緑 (他2名)

4. 特許出願人
住所 〒100 東京都千代田区大手町2丁目2番1号
氏名 (430) 日本曹達株式会社
代表者 今井博

5. 代理人
〒100 東京都千代田区大手町2丁目2番1号
日本曹達株式会社内
電話(211)2111
(6286) 伊藤晴之 (他1名)

6. 添付書類の目録
(ア) 出願審査請求書 1通
(イ) 明細書 1通
(ウ) 図面 1通
(エ) 委任状 1通
(オ) 願書副本 1通

特許庁 48.8.10 出願第二課

明 細 書

1. 発明の名称
~~公害防止用剤~~
溶出防止方法および溶出防止組成物

2. 特許請求の範囲
(1) (イ)塩水マット等公害金属またはおよび公害金属化合物を含有する公害となる廃棄物、
(ロ)周期律表の第1a族第2a族金属およびアンモニアの硫化物、多硫化物、水硫化物および硫化水素の1種または2種以上の混合物とセメント、固化前のエポキシ樹脂、アクリル酸エステル系樹脂、フェノール樹脂等の合成樹脂及びニカワ、アスファルト等の固結材の1種または2種以上の混合物よりなる溶出防止組成物。
上記(イ)(ロ)を混合し固結して公害金属またはおよび公害金属化合物の溶出を抑えることを特徴とする公害となる廃棄物の処理法。
(2) 周期律表の第1a族第2a族金属およびアンモニアの硫化物、多硫化物、水硫化物および硫化水素の1種または2種以上の混合物とセメント、固化前のエポキシ樹脂、アクリル的エステル系樹脂、フェノール樹脂等の合成樹脂及びニカワ、アスファルト等の固結材の1種または2種以上の混合物よりなる溶出防止組成物。

3. 発明の詳細な説明
本発明はいわゆる公害金属およびその化合物を水、海水等に対し不溶化し、且つ固形化することを特長とする溶出防止組成物による公害金属またはおよびその化合物の処理法及び溶出防止組成物に係わるものである。
近時、生産工業の急速なる発展に伴ない、対象とする製品または中間製品と共に環境衛生上好ましくない各種の金属、いわゆる公害金属たとえばHg, Cd, Pb, Cu,――またはおよびそれらの化合物たとえば$HgCl_2$, CH_3HgCl,――を含有する種々なる組成物が固体、泥奨

等の形態で各種工場等から排出され、社会問題化されていることは周知の通りである。

これらの排出物に含有される金属またはおよびその化合物は一般にその含量が少なく、従つて、これを資源として回収することは工業経済上非常に不利であり、そのために従来ではこれらの排出物を生産工場内の空地に放置したり、あるいは凹地の細立、または環境衛生からみて見掛上一応影響の少ない場所（たとえば海、谷等）に投棄するような処理がなされている。

しかし、工業経済上回収に不利であるような含量の少ないものでも公害金属またはおよびその化合物は微量または極微量でも、それらが雨水や風・雪等によつて溶出し、または飛散して地殻を汚染し、直接的に、または間接的に動植物等を介して人類に種々なる悪影響を及ぼす現象が現われて社会問題化すると共に、最近ではこれらの物質の排出や投棄等に対し、政府より厳しい指導や規制がなされつつあることは周知の通りである。

つて製造することを骨子とするものである。

ここに云う添加剤とは対象とする金属またはその化合物に対し、強力な結合・固定化反応作用を有し、且つ被処理物およびセメント等の固結材によつて結合性能の劣化や、固定化反応作用の遅延等を受けないすぐれた固定化反応性を有する周期律表第１a族、第２a族およびアンモニアの硫化物、多硫化物、水硫化物および硫化水素を指し、例を挙げると、硫化ナトリウム、硫化カリウム、硫化リチウム、硫化カルシウム、硫化マグネシウム、硫化バリウム、硫化アンモン、多硫化アンモン、水硫化ナトリウム、水硫化カリウム、水硫化リチウム、水硫化カルシウム、水硫化マグネシウム、水硫化カルシウム、水硫化マグネシウム、水硫化バリウム、水硫化アンモン、硫化水素などである。

以上のような添加剤を用いて溶出防止組成物を製造するには、セメント等の如き固結材100重量部に対し、添加剤0.001～10重量部、望ましくは0.01～1重量部を予め添加し、常

本発明の第１の目的は、公害金属またはおよびその化合物を含む工業排出物等、たとえば水銀法による食塩電解工場から多量に排出される水銀およびその化合物を含有する食塩電解残渣〔通称マッドと呼称され、その中には水銀またはその化合物（通常10ppm～500ppm含有する）〕を無害化し、且つ有用化する処理法を提供するにある。

本発明の第２の目的は、上述の生産工業等から排出される金属またはおよびその化合物、特に公害金属またはおよびその化合物を不溶化、且つ固定化し、もつてこれらの公害金属やその化合物の溶出や飛散による公害をなくすることによつて公害を防止する溶出防止組成物を提供するにある。

本発明の溶出防止組成物は対象とする公害金属またはその化合物に対し、強力な結合・固定作用をもつ特定の硫黄化合物を公害金属不溶出化添加剤（以下、添加剤と略記する）としてセメント等の如き固結材に添加混合することによ

法に従つて充分に混合することによつて得られるが、同時を予め混合することなく使用時に添加することも出来る。

次に、本発明に云う固結材は各種セメント、たとえばポートランドセメントや早強アルミナセメントまたはそれらに硬化剤として各種の樹脂または凝結促進剤、たとえば商品名ポゾリス等の適当量を予め添加したものおよびその他の固結材、たとえば合成高分子物質としては固化前のエポキシ樹脂、アクリル酸エステル系樹脂、フエノール樹脂等、また天然高分子物質としてはニカワ、アスファルト等をセメントの代りに、あるいはその一部分として用いることが出来る。

以上のようにして、製造される溶出防止組成物はセメント等と殆ど同様な作業性を有し、且つそれによつて製造されるモルタル、あるいはコンクリートも、また、セメント単独使用の場合と同等の作業性や強度を示すが、その中に公害金属またはおよびその化合物の含有物が混在すると、これらの金属またはおよび化合物が溶

出防止組成物中の添加物と反応して不溶化し、且つ固定化される点ではセメント単味の場合と異なる。

次に本発明による溶出防止組成物を用いて公害金属またはおよびその化合物の含有物の処理法について述べる。

公害金属またはおよびその化合物の含有物、すなわち被処理物（以下、被処理物と略記）の性状や含有する公害金属またはおよびその化合物の種類や量は、それを排出する工場の製品の種類や製造工程等によつて異なるが、それらの被処理物の本発明による溶出防止組成物による処理法は何れの被処理物においても対象とする金属またはおよびその化合物に応じて本発明による適当な溶出防止組成物を選び、これに被処理物を通常のモルタルまたはコンクリートの1乃至2の材料の必要量または一部分として使用する。すなわち、被処理物をモルタルまたはコンクリートを作る時に必要な水、砂、砂利等の所要量の一部または全部として使用し、必要に

応じて更に水や骨材を添加し、充分に混練後、通常のモルタルまたはコンクリート製品と同様にして所要のモルタルまたはコンクリート製品を製造する。

この処理法において溶出防止組成物のセメントと添加剤とを予め混和することなく、混練時に別々に添加してもよいことは既述の溶出防止組成物の製造法から明らかである。

次に、以上のようにして製造された製品中の公害金属またはおよびその化合物は後記実施例で示されるように、種々なる方法による長期の浸水試験において公害金属またはおよびその化合物の溶出が全然認められない。従つて、公害金属またはおよびその化合物の含有物は本発明の処理法によつて無害化される。

この事実から、本発明の処理法によつて得られる固形物は公害金属またはおよびその化合物を含まない物質と同様に独立、あるいは海洋投棄が可能となることは勿論、普通のモルタルやコンクリートと同様な構造物、たとえば鋼等に

用いるコンクリートブロック、下水管等に有用化することも可能である。

以下、本発明の詳細な実施の態様を実施例によつて示すが、本発明はその要旨をこえない限り、以下実施例に限定されるものではない。

実施例1

硫化ナトリウム、あるいは多硫化アンモンを普通ポルトランドセメント100重量部に対して0、0.01、0.1、1重量部を添加し、更に100部の砂を加え、夫々充分に混和してモルタルブロックを作成し、14日間放置後その強度試験を行なつて第1表の結果を得た。

第1表 強度試験結果表

添加剤	強度 ＼ 添加剤重量部 *	0	0.01	0.1	1
硫化ナトリウム	曲げ (kg/cm²)	53.2	57.5	53.5	51.2
	圧縮 (kg/cm²)	253	270	268	257
多硫化アンモン	曲げ (kg/cm²)	54.2	49.9	57.3	54.8
	圧縮 (kg/cm²)	261	275	273	249

*セメント100部に対する添加剤の重量部

注）モルタルブロックの大きさ 4cm×4cm×16cm

実施例2

硫化ナトリウムあるいは多硫化アンモンを普通ポルトランドセメント100重量部に対して夫々0.3重量部および0.05重量部（Sとして）加えて製造した溶出防止組成物に、水銀およびその化合物を含有する水銀法食塩電解工場から排出される食塩溶解残渣（通常、マッドと呼称する。組成は第3表に示す）100重量部を加え、よく混練したのち、供試体を作成し、その強度試験を行なつた。その結果第2表の値を得た。

第2表

添加剤	添加剤/セメント（重量%）	水/セメント（重量%）	マッド/セメント（重量比）	フロー（cm）	圧縮強度（28日）（kg/cm²）	曲げ試験（kg/cm²）
硫化ナトリウム	0.5	60	1.1	200	170	41.3
多硫化アンモン	0.1	60	1.0	196	165	39.2

第2表の結果から化学工場における公害金属の最たるもののひとつである水銀を含有するマッドを本発明による溶出防止組成物と混和することによりモルタルやコンクリートとして実用上差支えない強度が得られることが認められた。

第3表　塩水マッドの組成例

$NaCl$	8.3～8.7%
$Mg(OH)_2$	3.6～2.8〃
$Ca(BO_4)\cdot 2H_2O$	14.0～25.2〃
$CaCO_3$	21.4～33.1〃
C	10.0～12.7〃
全水銀	20～50 ppm

＊通常、塩水マッド中には約55～40%の水分が含有されている。

実施例3

添加剤として、硫化ナトリウム、多硫化アンモン、水硫化カリ、硫化カルシウムを用いて、実施例2と同じ方法で得られた固結体試験片を14日間空気中に放置したのち、その体積の4倍量の水および海水に浸漬し、溶出水中の水銀を分析することにより水銀およびその化合物の溶出試験を行なつた。得られた結果は第4表の通りである。

第 4 表

水 *	マッド **	溶出防止組成物 セメント	溶出防止組成物 添加剤	試験法	浸出液中の水銀分析値（ppm） 1時間後	1日後	14日間後	1ケ月後	1年後
1 (重量部)	2 (重量部)	2 (重量部)	硫化ナトリウム 0.015 (重量部)	水浸漬	検出せず (<0.005)	全左	全左	全左	全左
				塩水〃	〃	〃	〃	〃	〃
1	2	2	多硫化アンモン 0.001	水〃	〃	〃	〃	〃	〃
				海水〃	〃	〃	〃	〃	〃
1	2	2	水硫化カリウム 0.01	水〃	〃	〃	〃	〃	〃
				塩水〃	〃	〃	〃	〃	〃
1	2	2	硫化カルシウム 0.01	水〃	〃	〃	〃	〃	〃
				塩水〃	〃	〃	〃	〃	〃
1	2	2	なし	水〃	<0.005	0.006	0.115	0.068 ***	0.018 ***
				海水〃	〃	0.005	0.048	0.024 ***	0.010 ***

* マッド中の水分を含まず

** 組成の例は第5表、また使用した生マッドは約45%の水分と約150 ppmの水銀を含む。

*** 14日後の数値に比して数値が低下している。この理由は厳密には明らかではないが、溶出したHg化合物がガラス容器に吸着されたり、セメントの溶出成分とともに沈殿したことによるものと考えられる。

実施例4

硫化ナトリウムと多硫化アンモンを夫々普通ポルトランドセメント100重量部に対し0.015重量部及び0.01重量部を加え、水70重量部とエポキシ樹脂（市販品）2重量部（有効成分）を加えて混練した各溶出防止組成物に、水銀及びその化合物を含有する水銀法食塩電解工場から排出される食塩溶解廃液（マッド）400重量部を加え、よく混練したのち、エポキシ樹脂の液体硬化剤（市販品、アミン系）2重量部（有効成分）を加えてよく撹拌し、型に流して固結体試験片を作成した。これを14日間空気中に放置したのちその体積の4倍量の水及び海水に浸漬し、浸漬中の水銀を分析することにより、水銀及び水銀化合物の水又は海水への溶出量を測定した。得られた結果は第5表の通りである。

第 5 表

溶出防止組成物 セメント	溶出防止組成物 水	溶出防止組成物 添加剤 *	* 水	* マッド	試験法	浸漬液中の水銀分析値（ppm） 1日後	1ケ月後	3ケ月後
100	10	硫化ナトリウム 1.0	140	400	水浸漬	検出せず <0.005	全左	全左
					海水〃	〃	〃	〃
100	10	多硫化アンモン 0.2	140	400	水〃	〃	〃	〃
					海水〃	〃	〃	〃
100	10	なし	140	400	水〃	0.009	0.275	0.267
					海水〃	0.007	0.188	0.175

* 重量部

実施例5

銅及び銅化合物を含有する銅メッキ工場から排出されるスラッジ500重量部（乾体）に対し、水酸化ナトリウム0.5重量部を加えて混合したのち乾燥し、これに液状エポキシ樹脂（市販品）25重量部を加えて混合したのち、更に硬化剤（市販品、アミン系）を25重量部加えて混合し、型に入れて放置し、固結体試験片を作成した。これをその体積の4倍の水及び海水に浸漬したのち、浸漬水及び海水中の銅を定量してその溶出量を測定した。得られた結果は第6表の通りである。

第6表

固結組成			※銅スラッジ	試験水	浸漬後の銅分析値（ppm） 1日後	1ヶ月後	3ヶ月後
固結剤	硬化剤	水酸化ナトリウム	500	水道水	検出せず <0.1	全く〃	全く〃
				海水	〃	〃	〃
		0.5	500	水道水	<0.1	0.25	1.3
				海水	〃	0.50	2.5

※重量部

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

富山県高岡市開発木町267
篠江良男

富山県高岡市中川上町3-28
井戸原満

(2) 代理人

東京都千代田区大手町2丁目2番1号
日本曹達株式会社内
(7125) 横山吉美

手続補正書

昭和47年5月26日

特許庁長官 井土武久殿

1. 事件の表示
昭和46年特許願第59244号

2. 発明の名称
溶出防止方法および溶出防止組成物

3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
東京都千代田区大手町2丁目2番1号
(430) 日本曹達株式会社
代表者 今井博

4. 代理人
東京都千代田区大手町2丁目2番1号
日本曹達株式会社内
TEL (211) 2111
(6286) 伊藤晴之
(7125) 横山吉美

特許庁 47.5.29 特許第二課 井戸

5. 補正の対象

(1) 特許願書　発明の名称の項

(2) 出願審査請求書　発明の名称の項

(3) 明細書　発明の名称の項

(4) 明細書　特許請求の範囲の項

(5) 明細書　発明の詳細な説明の項

6. 補正の内容

(1) 特許願書発明の名称の項

「溶出防止方法および溶出防止組成物」を「溶出防止用組成物」に訂正する。

(2) 出願審査請求書発明の名称の項

「溶出防止方法および溶出防止組成物」を「溶出防止用組成物および溶出防止組成物」に訂正する。

(3) 明細書　1頁　発明の名称の項

「溶出防止方法および溶出防止組成物」を「溶出防止用組成物および溶出防止組成物」に訂正する。

(4) 明細書　1～2頁　特許請求の範囲の項

別紙の通り

(5) 明細書　2頁、12行、17行、
3頁、3行、12行、
4頁、1～2行、10行、11行
6頁、19行、20行、
7頁、5行、7行、9行、
14行、
8頁、10行、12行、14行および17行、

「またはおよび」を「およびまたは」に訂正する。

(6) 明細書　4頁、14行、16行、
5頁、17行、
6頁、14行、
7頁、1行、4行、12行、
15行、
8頁、5行、7行、
11頁、5行、
13頁、3行、および
16頁、6行、

「溶出防止組成物」を「溶出防止用組成物」に訂正する。

に訂正する。

7. 添附書類の目録

(1) 特許願書　1通

(2) 特許請求の範囲　1通

特　許　願(1)（特許法第38条ただし書の規定による特許出願）

(2,000円)

昭和46年9月10日

特許庁長官　井土武久　殿

1. 発明の名称　溶出防止用組成物および溶出防止組成物

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数　2

3. 発明者
住所　富山県高岡市野村777－2
氏名　小田伸彬　(他2名)

4. 特許出願人
住所　〒100　東京都千代田区大手町2丁目2番1号
氏名　(430)　日本曹達株式会社
代表者　今井博

5. 代理人
〒100　東京都千代田区大手町2丁目2番1号
日本曹達株式会社内
電話(211)2111
(6286)　伊藤晴之　(他1名)

6. 添付書類の目録
(イ) 出願審査請求書　1通
(ロ) 明細書　1通
~~(ハ) 図面　1通~~
(ニ) 委任状　1通
(ホ) 願書副本　1通

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

富山県高岡市開発本町267
塩江良男

富山県高岡市中川上町3-28
井戸康満

(2) 代理人

東京都千代田区大手町2丁目2番1号
日本曹達株式会社内
(7125) 横山吉美

2.特許請求の範囲

(1)(イ)周期律表の第1a族、第2a族金属およびアンモニアの硫化物、多硫化物、水硫化物および硫化水素の1種または2種以上の混合物、(ロ)セメント、固化前のエポキシ樹脂、アクリル酸エステル系樹脂、フエノール樹脂等の合成樹脂およびニカワ、アスファルト等の固結材の1種または2種以上の混合物、(イ)と(ロ)とを混合してなる公害金属およびまたは公害金属化合物の溶出防止用組成物。

(2)(イ)周期律表の第1a族、第2a族金属およびアンモニアの硫化物、多硫化物、水硫化物および硫化水素の1種または2種以上の混合物(ロ)セメント、固化前のエポキシ樹脂、アクリル酸エステル系樹脂、フエノール樹脂等の合成樹脂及びニカワ、アスファルト等の固結材の1種または2種以上の混合物、(ハ)公害金属およびまたは公害金属化合物を含有する公害となる廃棄物と上記(イ)および(ロ)を混合せしめてなる公害金属およびまたは公害金属化合物の溶出防止組成物。